

Jerzy Dryzek¹, Ewa Dryzek²

Instytut Fizyki Jądrowej, ul. Radzikowskiego 152, 31-342 Kraków

Jerzy Sobczak³, Paweł Darlak⁴

Instytut Odlewnictwa, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków

PRÓBY ZASTOSOWANIA METOD ANIHILACJI POZYTONÓW DO BADAŃ STRUKTURALNYCH METALOWYCH MATERIAŁÓW KOMPOZYTOWYCH

Praca stanowi próbę zastosowania techniki anihilacji pozytonów do badań struktury kompozytów metalowych na przykładzie aluminiowej osnowy metalowej zbrojonej włóknem krótkim na bazie tlenku glinu. Ze względu na duży ładunek nowości w pracy szczegółowo przedstawiono metodologiczne aspekty zastosowanej techniki eksperymentalnej, wykorzystującej stosunkowo proste i poznane sposoby detekcji promieniowania gamma. W zakresie badawczym omówiono dotychczasowe wyniki zmian przebiegu anihilacji pozytonów w przypadku monolitycznej miedzi i stopów aluminium. Badania własne przeprowadzono na próbkach pobranych z fłoka kompozytowego z siluminu okołoeutektycznego zbrojonego lokalnie preformą ceramiczną typu MORGAN, wytworzonego infiltracją ciśnieniową (squeeze infiltration) preform na bazie $22 \pm 2\%$ obj. tlenku glinu ($96\% \text{Al}_2\text{O}_3$, $4\% \text{SiO}_2$) stopem AlSi12CuNiMg z krzepnięciem całego odlewu pod docelowym ciśnieniem 230 MPa. Przeprowadzono dwie serie pomiarów czasów życia pozytonów, jedną związaną z obszarem monolitycznym, drugą obejmującą strefę kompozytu. W widmie pomiaru obszaru monolitycznego uzyskano jedną wartość średniego czasu życia pozytonów. W widmie otrzymanym dla kompozytu $\text{AlSi12CuNiMg}/22\% \text{Al}_2\text{O}_3$ wyodrębniono trzy składowe czasy życia pozytonów. Badania prowadzono na próbkach w stanie lanym i po obróbce cieplnej typu utwardzania dyspersyjnego. Rozważania dotyczące powiązania niektórych składowych czasu życia pozytonów z defektami strukturalnymi zilustrowano obrazami defektów typu nieciągłości strukturalnych (SEM). Proponowana metoda może znaleźć zastosowanie w indykacji defektów strukturalnych trudnych do wychycenia innymi tradycyjnymi metodami pomiarowymi. Dwoje współautorów (J.D. i E.D.) korzystało w trakcie wykonywania pracy ze wsparcia finansowego otrzymanego dzięki grantowi KBN Nr 2 P03B 008 24.

Słowa kluczowe: anihilacja pozytonów, badania strukturalne, metalowe materiały kompozytowe

APPLICATION OF THE POSITRON ANNIHILATION METHOD FOR STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF METAL MATRIX COMPOSITES

The work presents the preliminary results of application of the positron annihilation method for characterization of MMCs microstructure using as an example the aluminum matrix composites reinforced with short alumina-based fibers. The detailed analysis of methodological aspects of applied innovative experimental method has been done taking into account the known and relatively simple techniques used for the detection of gamma radiation (Figs 1, 2). The obtained results of the process of positron annihilation have been discussed on an example of monolithic pure copper and aluminum alloys (Tab. 1, Fig. 3). The investigation has been done on the samples taken from the composite piston, produced from near eutectic alloy AlSi12CuNiMg and locally reinforced with a MORGAN porous ceramic preform by squeeze infiltration and further solidification under a pressure of 230 MPa (Fig. 4). The as-received preform had $22 \pm 2 \text{ vol.}\%$ short alumina-based fibers ($96\% \text{Al}_2\text{O}_3$, $4\% \text{SiO}_2$). The comparison measurements of the positron life time have been done in both monolithic part of the piston as well as in its reinforced part (Fig. 5, Tab. 2 and 3). The spectrum corresponding to the monolithic part shows one value for the positron life time while the spectrum taken from the reinforced part and presenting the composite $\text{AlSi12CuNiMg}/22\% \text{Al}_2\text{O}_3$ indicates the well distinguished fraction of the three positron lifetime components. These measurements have been done on the samples in as-cast condition and after heat treatment (precipitate hardening). The results obtained have been analyzed from viewpoint of the effects of such structural defects as discontinuities noted by SEM characterization (Fig. 6). The proposed method can be recommended for the characterization of structural defects, particularly those, which are difficult to be identified by other methods. The authors express their gratitude to the Committee of Scientific Research (Poland) which has supported this work within grant.

Key words: annihilation of positrons, structural investigations, metal matrix composites

WPROWADZENIE

Materiały krystaliczne, minimalizując swoją energię własną - z reguły na poziomie atomowym - wykazują tendencję do porządkowania struktury w formie regular-

nej sieci. Niemniej jednak tak uporządkowana struktura nie jest wolna od różnego rodzaju defektów, odstępstw i niedoskonałości, które w wielu przypadkach współ-

¹ doc. dr hab., ² dr, ³ prof. dr hab. inż., ⁴ mgr inż.

decydują o właściwościach danego materiału. Defekty sieci krystalicznej, będące obszarami o podwyższonej energii, w zależności od ich rozmiarów dzielimy na defekty punktowe, liniowe i powierzchniowe. O ile defekty liniowe (dyslokacje) czy powierzchniowe (granice ziaren), błędy ułożenia, wtrącenia są stosunkowo łatwo obserwowane i poddawane badaniom przy użyciu technik mikroskopii elektronowej, o tyle defekty punktowe (do których zalicza się wakancje, atomy w pozycjach międzywęzłowych lub atomy podstawieniowe), mające wymiar stałej sieciowej, wymagają zastosowania zdecydowanie innych metod pomiarowych.

Stosunkowo najprostszą metodą indykacyjną jest technika pomiaru oporu elektrycznego materiału, choć jej wyniki są trudne do jednoznacznej interpretacji. Technika dyfrakcji promieni rentgenowskich jest szeroko stosowana w analizie sieci krystalicznej jako całości; trudno jednakże jej używać do jednoznacznej identyfikacji defektów struktury. Metody jądrowe, wykorzystujące np. efekt Mössbauera czy relaksację spinową mionów (μ^+), posiadają zdecydowanie większą selektywność, ale ogranicza je dobór znacznika czy dostępność do wiązki mionów.

W tej pracy opisano zastosowanie techniki anihilacji pozytonów do badań struktury materiałów krystalicznych na przykładzie jej wstępnej aplikacji do metalowych materiałów kompozytowych. Metoda ta zdobywa w ostatnich latach coraz szerszy zakres zastosowania, między innymi dlatego, że interpretacja otrzymywanych wyników jest stosunkowo prosta i wystarczająco jednoznaczna.

Pozyton jest antycząstką elektronu, produkowaną w wysokoenergetycznych procesach jądrowych, takich jak konwersja energetycznego kwantu gamma na pozyton i elektron, rozpad cząstek elementarnych (np. μ^+ i π^+) lub jądrowy rozpad β^+ . Implantowany do materii skondensowanej pozyton po pewnym czasie napotyka elektron, ulegając anihilacji, czyli konwersji masy obu cząstek, w danym przypadku na wysokoenergetyczne fotony. W znakomitej większości zdarzeń (ocenianej na 99,7% przypadków) jest to emisja w przeciwnych kierunkach dwu kwantów o energii bliskiej 511 keV [1]. Energia ta nie może być precyzyjnie wyznaczana, albowiem kwanty te, zgodnie z zasadą zachowania energii, unoszą także informacje o pędzie anihilującej pary w samym momencie anihilacji. Zatem detekcja anihilacyjnych kwantów, w istocie dość prosta w realizacji, dostarcza wymaganej informacji o rozkładzie pędów elektronów w środowisku, w którym znalazł się pozyton. Powyższe stwierdzenie wynika z faktu, że penetrujący materię dodatnio naładowany pozyton sprzęga się z otaczającymi jonami i elektronami, wytracając bardzo szybko początkową, wysoką energię kinetyczną aż do poziomu energii drgań termicznych atomów, czyli energii rzędu kilkudziesięciu meV. Jest to znacznie poniżej poziomu Fermiego gazu elektronowego, co w praktyce

oznacza, że pęd anihilującej pary jest pędem elektronu, a pęd pozytonu może być pominięty. Czas termalizacji pozytonu jest bardzo krótki i wynosi kilka ps ($1 \text{ ps} = 10^{-12} \text{ s}$), ale nie wyczerpuje to całkowitego czasu życia pozytonu, który jest znacznie dłuższy (często powyżej 100 ps). Większość czasu pozyton spędza na przypadkowym błędzeniu, opartym na zasadzie dyfuzji, a biorąc pod uwagę jego energię i czas, można szacować, że w okresie swego istnienia skanuje on ok. 10^7 pozycji międzywęzłowych. Podczas tego ruchu pozyton może napotkać jamę potencjału na tyle głęboką, że zostanie w niej uwięziony. Taka jama potencjału jest obszarem o mniejszej gęstości elektronowej niż otoczenie, zatem zlokalizowany w niej pozyton będzie miał dłuższy czas życia, niż gdyby anihilował w obszarze międzywęzłowym o większej gęstości elektronowej. Twierdzenie o tym, że pozyton anihiluje w obszarze o mniejszej gęstości elektronowej znajduje także swoje odbicie w emisji kwantów anihilacyjnych, ich energii i pędzie, co jest również stosunkowo proste w detekcji [2]. Strukturalnie takie obszary to wakancje, a więc miejsca, w których brakuje atomu w pozycji węzłowej; mogą to być także skupiska wakancji, np. dwa lub trzy puste miejsca po atomach w pozycjach węzłowych. Zatem detekcja promieniowania anihilacyjnego lub pomiary czasu życia pozytonów mogą być wykorzystane do detekcji właśnie takich defektów w sieci krystalicznej. Należy podkreślić wysoką selektywność opisanej powyżej metody, albowiem pozyton oddziałując z wakacją, raz zlokalizowany, z reguły pozostaje w niej aż do momentu anihilacji. Można oszacować, że dolna granica detekcji koncentracji wakancji w sieci krystalicznej jest na poziomie 10^{-6} . Wzrost koncentracji wakancji powyżej 10^{-3} powoduje, że każdy pozyton zostaje zlokalizowany, inaczej mówiąc, zachodzi proces nasycenia. Tak graniczna koncentracja wakancji występuje tuż przed stopieniem metalu.

Z powyższego wynika, że metoda anihilacji pozytonów jest czuła na zaburzenie struktury elektronowej, wywołanej brakiem jonów w pozycjach węzłowych - pozyton jako dodatnia cząstka stara się je zastąpić, ale tylko do czasu jego anihilacji. Oddziaływanie pozytonu z atomami międzywęzłowymi swoiście modyfikuje proces błędzenia przypadkowego, ale niemal wcale nie oddziałuje na sam proces anihilacji, zatem detekcja kwantów anihilacyjnych nie pozwala na jednoznaczne stwierdzenie ich obecności. Stąd uważa się, że metoda anihilacji pozytonów nie jest czuła na obecność tych defektów. Również w przypadku dyslokacji czułość tej metody jest raczej ograniczona, albowiem zaburzenie struktury elektronowej wywołane przez ten defekt jest zbyt słabe, aby zlokalizować pozyton, co ma odbicie w procesie anihilacji. Niemniej należy wziąć pod uwagę fakt, że czysta dyslokacja, będąca liniowym zaburzeniem koordynacji sieci krystalicznej, zawiera wokół siebie (a także w swoim wnętrzu) defekty typu wakancje,

które lokalizują pozytony znacznie efektywniej. Ich struktura, z uwagi na pola naprężeń towarzyszących dyslokacji, jest inna niż w pozostałych miejscach sieci, co znajduje odzwierciedlenie w strukturze elektronowej, a tym samym i w procesie anihilacji pozytonów tam zlokalizowanych [3].

Naładowany dodatnio pozyton w próżni może utworzyć stan związany z elektronem, obie cząstki krążą wokół swojego środka masy, tworząc swoisty, neutralny atom wodoropodobny, określane mianem pozytu. Pozyt nie jest cząstką trwałą, w próżni ulega samoanihilacji po upływie 0,125 ns na dwa kwanty gamma (gdy spiny elektronu i pozytonu ustawione są przeciwnie) oraz po upływie 142 ns na trzy kwanty (gdy spiny są ustawione zgodnie) [4]. Doświadczalnie stwierdzono, że pozyt powstaje w materii skondensowanej, gazach, cieczach, ale także w takich ciałach stałych, w których dostępne są tzw. objętości swobodne lub pory, w których gęstość elektronowa maleje do zera. Tworzący się w takich miejscach pozyt ulega również anihilacji, niemniej proces ten jest zaburzony z uwagi na bliskie otoczenie zawierające elektrony. W ten to sposób, śledząc anihilację pozytu, można uzyskać dodatkowe informacje, charakteryzujące materię skondensowaną. Stwierdzono ponadto, że czas życia pozytu jest skorelowany ze średnicą poru, w którym się on utworzył. Stanowi to podstawę teoretyczną tzw. porozymetrii pozytonowej, szeroko opisaną w literaturze [4].

OPIS TECHNIKI EKSPERYMENTALNEJ

Do doświadczalnego wykorzystania procesu anihilacji pozytonów do badania defektów sieci krystalicznej stosuje się stosunkowo proste i dobrze poznane techniki detekcji promieniowania gamma. W przypadku pomiaru widma czasu życia pozytonów wykorzystuje się również właściwości rozpadu izotopów (np. ^{22}Na). Tuż po emisji pozytonu w rozpadzie β^+ po czasie ok. 3 ps wzbudzone jądro ^{22}Na emituje kwant gamma o energii 1274 keV, który wykorzystywany jest jako sygnał „narodzin” pozytonu. Na moment anihilacji pozytonu, czyli końca jego życia, wskazuje pojawiający się kwant anihilacyjny o energii bliskiej 511 keV. Schematycznie zasadę pomiaru czasu życia pozytonów przedstawiono na rysunku 1. Dwa detektory scyntylacyjne rejestrują kwant gamma o energii 1275 keV i kwant anihilacyjny o energii 511 keV. Czas między impulsami elektrycznymi produkowanymi przez te detektory rejestrowany jest przez specjalny układ elektroniczny z wielokanałowym analizatorem sprzężonym z komputerem. W tabeli 1 zaprezentowano przykładowe wartości czasu życia pozytonów w wybranych metalach oraz w pojedynczych wakanacjach termicznych. Rejestracja energii kwantu gamma, a dokładniej poszerzenia dopplerowskiego linii anihilacyjnej, odbywa się za pomocą detektora

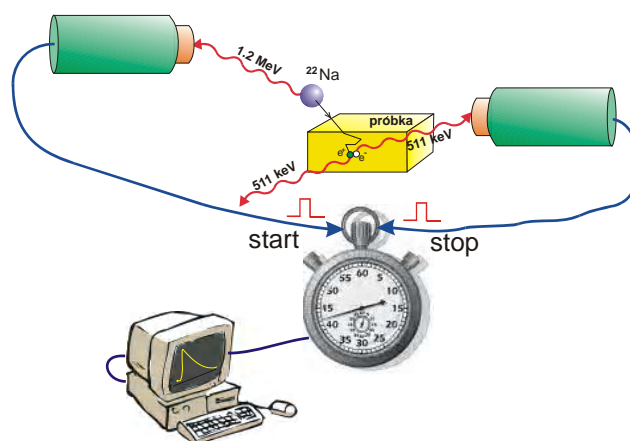
germanowego (HpGe) o bardzo dobrej energetycznej zdolności rozdzielczej (rys. 2).

TABELA 1. Przykładowe wartości czasu życia pozytonów w metalach i pojedynczych wakanacjach [2]

TABLE 1. Examples of the positrons lifetime values for metals and for separate vacancies [2]

Metal	Czas życia pozytonu w niezdefektowanej sieci ps	Czas życia pozytonu w pojedynczej wakanacji ps
Mg	226	–
Al	166	248
α -Fe	106	175
Cu	121	155
Ag	131	195

Ta chętnie stosowana technika pomiarowa oprócz detektora wymaga wzmacniacza i analizatora wielokanałowego, który rejestruje widmo energetyczne kwantów anihilacyjnych. Na rysunku 3 przedstawiono wyznaczoną daną techniką linię anihilacyjną dla pozytonów implantowanych do czystej próbki miedzi (starannie wyżarzanej, a więc z założenia w dużej mierze pozbawionej defektów punktowych) oraz tej samej próbki po stosownym odkształceniu plastycznym. Unormowanie obu linii do pola powierzchni pod nimi pokazuje wyraźnie wzrost liczby zliczeń w centralnej części w przypadku próbki odkształconej, co odpowiada wzrostowi liczby anihilacji z elektronami o niskich pędach (przyjęto uważać, że właśnie takie elektrony są obecne w defektach punktowych). Do dalszej analizy definiuje się tzw. parametr S, który stanowi stosunek liczby zliczeń w centralnej części linii anihilacyjnej (zaznaczonej na rys. 3) do liczby zliczeń w całej linii.

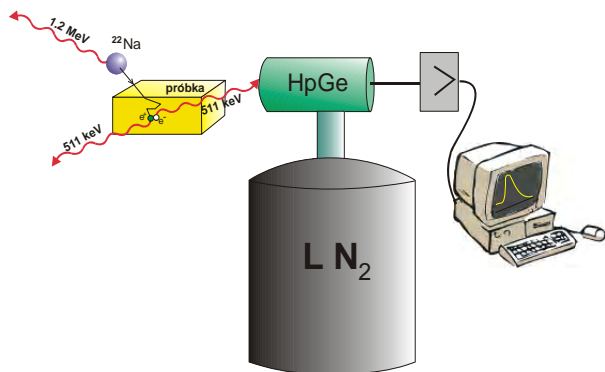


Rys. 1. Zasada pomiaru czasu życia pozytonów. Dwa detektory scyntylacyjne rejestrują kwant gamma o energii 1275 keV informujący o momencie narodzin i kwant o energii 511 keV informujący o momencie anihilacji pozytonu. Impulsy z tych detektorów przetwarzane są elektronicznie w taki sposób, aby w analizatorze wielokanałowym wbudowanym w komputer utworzyć widmo czasu życia pozytonu

Fig. 1. Principle of the positron lifetime measurements. Two scintillation detectors are registering gamma quantum with 1275 keV energy which informs about the birth moment and quantum with 511 keV

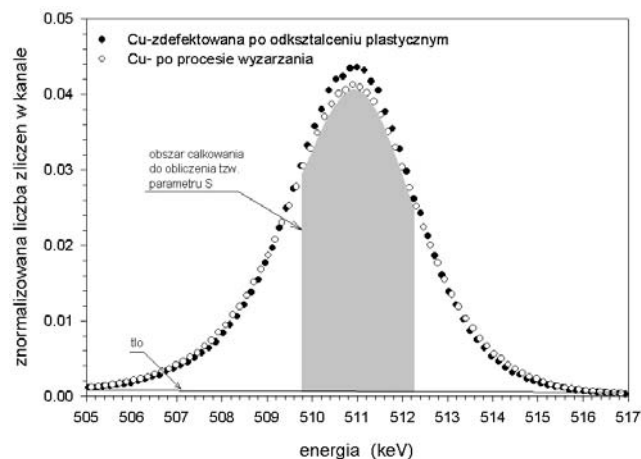
energy indicating the act of positron annihilation. The impulses from these detectors are converted electronically for creation of the positron lifetime spectrum stored in the computer

Przedstawiona powyżej technika eksperymentalna należy do najczęściej stosowanych, co nie wyczerpuje wszystkich wykorzystywanych metod pomiarowych z udziałem pozytonów, których opis można znaleźć w specjalistycznej literaturze [3].



Rys. 2. Schemat układu do pomiaru poszerzenia dopplerowskiego linii anihilacyjnej, którego najważniejszą częścią jest detektor germanowy. Detektor rejestruje energię tylko kwantów anihilacyjnych o energii 511 keV emitowanych po anihilacji pozytonów w badanej próbce. Odpowiadające kwantom impulsy, wzmacniane elektronicznie zbierane są w analizatorze wielokanałowym, dając tzw. widmo linii anihilacyjnej

Fig. 2. Scheme of Doppler broadening of annihilation line measurements with germanium detector which detects the energy of annihilation quantum only with 511 keV. Impulses from the detectors corresponded with quantum energy are enhanced electronically and collected in multichannel analyzer giving the spectrum of the annihilation line



Rys. 3. Przykład linii anihilacyjnej zmierzonej wówczas, gdy pozytony zostały implantowane do próbki miedzi wyżarzanej (pozbawionej większości defektów) oraz próbki po odkształceniu plastycznym (zdefektowanej). Liczby zliczeń w kanałach zostały unormowane do całkowitej powierzchni pod pikiem. W centralnej części zaznaczono obszar całkowania powierzchni, który służy do obliczenia tzw. parametru S, charakteryzującego zmiany w kształcie linii anihilacyjnej, wywołanej obecnością defektów w badanej próbce

Fig. 3. Example of annihilation line measured for positrons implanted into the copper sample after annealing (without defects in most cases) and to the same samples after plastic deformation. Counting numbers in channels were normalized to the total surface under peak. In central part the area of integration for calculation of „S” parameter has been marked. The „S” parameter characterizes of

changes in the annihilation line spectrum, which have been evoked by defects presence in investigated sample

BADANIA I Dyskusja Wyników

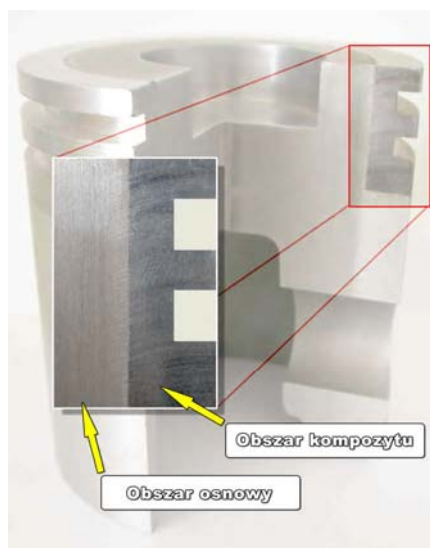
Dla czystego aluminium w pomiarach czasu życia pozytonów otrzymuje się jedną składową czasu równą 166 ps. Odpowiada ona anihilacji pozytonu z elektronem w niezaburzonej sieci krystalicznej. Jeżeli w materiale znajdują się wakacje, generowane np. termicznie, pozyton może zostać zlokalizowany w tego typu defekcie punktowym. W wyniku mniejszej gęstości elektronowej w tym obszarze jego czas życia wzrasta i wynosi odpowiednio 254 ps. Dla skupiska dwóch wakacji czas życia wynosi 310 ps. W temperaturze pokojowej w aluminium mogą powstawać właśnie skupiska wakacji lub pętle dyslokacji. Dyslokacje są płytkimi pułapkami dla pozytonów, jednakże progi i wakacje na linii dyslokacji mogą stanowić głębsze pułapki dla pozytonów.

W przypadku stopów aluminium, w szczególności utwardzanych wydzieleniowo, w pomiarach czasu życia pozytonów często otrzymuje się z reguły jedną składową. Związane jest to ze skomplikowaną strukturą tych stopów, która powoduje, że w materiale istnieje cały szereg niewiele różniących się od siebie defektów, w których pozyton jest lokalizowany. Są to np. wakacje w strefach Guiniera-Prestona w stopach na bazie układu Al-Cu, różniące się ilością atomów miedzi w najbliższym sąsiedztwie. Otrzymany czas życia pozytonów jest w tym przypadku średnim czasem życia. W przypadku odkształcenia plastycznego stopów aluminium, spowodowanego np. ściskaniem, tarciem czy też obróbką powierzchniową, obserwuje się wzrost wartości mierzonego średniego czasu życia pozytonów.

Badania własne przeprowadzono na próbkach, pobranych z tłoka kompozytowego ze stopu AK12 (AlSi12CuNiMg), zbrojonego lokalnie preformą ceramiczną typu MORGAN (z włókna krótkiego z tlenku glinu). Do wykonywania tłoków kompozytowych do polskiego silnika Diesla C90 specjalnie zaprojektowano i wykonano formę do prasowania w stanie ciekłym, uwzględniającą nowy sposób mocowania preform ceramicznych. Infiltrację ciśnieniową preform na bazie 22 ±2 obj.% tlenku glinu (96% obj. Al₂O₃, 4% obj. SiO₂) - wstępnie podgrzanych do 700°C z szybkością max 300°C/h, stopem AK12 (z temperatury 730°C) wraz z krzepnięciem całego odlewu prowadzono pod docelowym ciśnieniem 230 MPa w czasie całkowitym 45 s w temperaturze formy 190/220°C (górną/dół). Robocze powierzchnie formy do prasowania pokrywano wodnym roztworem koloidalnego grafitu. Założono tempo narastania ciśnienia w granicach 5-10 MPa/s przez wstępny okres nasączenia preformy (do 10 s) [6-8]. Materiały do badań obrabiano cieplnie według schematu utwardzania

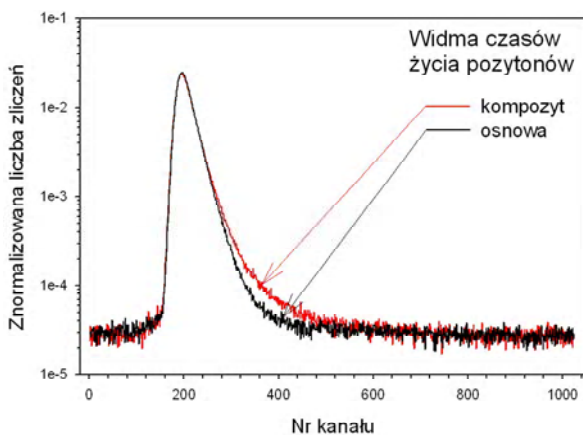
wydzieleniowego (przesycanie 515°C/6 h, chłodzenie w gorącej wodzie, starzenie sztuczne 170°C/16 h). Badania strukturalne prowadzono na elektronowym mikroskopie skaningowym STEREOSCAN 420.

Wykonano dwa pomiary czasów życia pozytonów. Jeden pomiar obejmował część powierzchni przekroju odpowiadającej stopowi. Drugi pomiar obejmował część powierzchni przekroju pierścienia kompozytowego (rys. 4). Rysunek 5 przedstawia otrzymane widma czasu życia pozytonów, które w sposób widoczny różnią się od siebie. Otrzymane wartości czasy życia pozytonów zamieszczono w tabeli 2.



Rys. 4. Zdjęcie tłoka kompozytowego z zaznaczonymi obszarami pobrania próbki do badań

Fig. 4. Photo of composite piston. The regions of structural investigation are marked



Rys. 5. Widma czasu życia pozytonów badanej próbki

Fig. 5. Positron lifetime spectrum for investigated sample

TABELA 2. Składowe czasy życia pozytonów (τ) i ich udziały (I) dla stopu AK12 i kompozytu AK12/22% obj. Al_2O_3 w stanie lanym

TABLE 2. Positron lifetime components and its participation for AK12 alloy and for AK12/22 vol. % Al_2O_3 composite in as - cast condition

Parametry	τ_1 ps	I_1 %	τ_2 ps	I_2 %	τ_3 ps	I_3 %
Materiał						
Stop AK12	211 ± 1	100	–	–	–	–
Kompozyt AK12/22% obj. Al_2O_3	212 ± 1	92,5 $\pm 0,2$	583 ± 17	5,5 $\pm 0,2$	1678 ± 109	2,0 $\pm 0,2$

W wyniku pomiaru w obszarze monolitycznego stopu AK12 otrzymano jedną wartość średniego czasu życia pozytonów równą $211^{\pm 1}$ ps. Jeżeli porównać daną wartość z analogicznymi wartościami otrzymanymi dla innych stopów, np. dla stopu 2017A (AlCu4MgMn) po obróbce cieplnej typu T451 (utwardzanie wydzieleniowe: przesycanie i naturalne starzenie) - 198 ps, dla stopu 6082 (AlSi1MgMn) po obróbce typu T6 (utwardzanie wydzieleniowe: przesycanie i sztuczne starzenie) - 187 ps, wówczas widać, że jest ona wyraźnie wyższa. Może to wynikać zarówno z innego składu stopu, techniki jego wytworzenia w postaci gotowego wyrobu, jak i ewentualnej obróbki powierzchniowej części.

W widmie otrzymanym dla kompozytu AK12/22% obj. Al_2O_3 wyróżniono trzy składowe czasy życia pozytonów. Wartość pierwsza, 212 ps, jest w granicy błędu równa czasowi życia w obszarze stopu monolitycznego AK12. Odpowiada ona anihilacji pozytonów w obszarze osnowy kompozytu. Pozostałe dwie składowe, $\tau_2 = 583$ ps i $\tau_3 = 1678$ ps, wskazują na obecność defektów w materiale typu skupiska wakancji i mikropory. Czas życia o tak dużych wartościach jest rzadko obserwowany w metalach. Wartość trzeciej składowej τ_3 może świadczyć o obecności pustych objętości typu nieciągłości strukturalnych, w których tworzy się stan związany elektronu i pozytonu, tzw. pozyt. Tego rodzaju puste objętości (objętości swobodne) występują w materiałach molekularnych, np. polimerach, i w tego rodzaju materiałach obserwowana jest anihilacja pozytu. W przypadku materiałów molekularnych często korzysta się z modelu pozwalającego związać trzecią składową czasu życia pozytonów τ_3 (wyrażonego w ns) z promieniem objętości swobodnych R

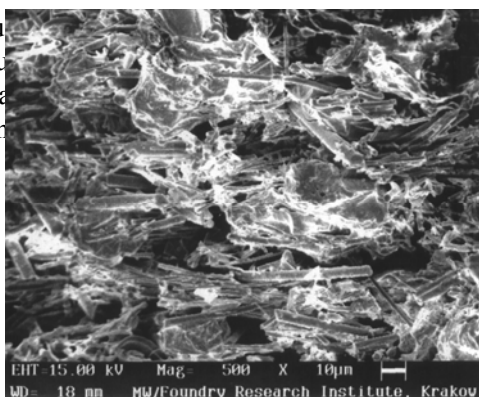
$$\tau_3 = 0,5 \left[1 - \frac{R}{R + 0,1656} + \frac{1}{2\pi} \sin \left(\frac{2\pi}{R + 0,1656} \right) \right]^{-1}$$

gdzie promień wyrażony jest w nm, a τ_3 w ns.

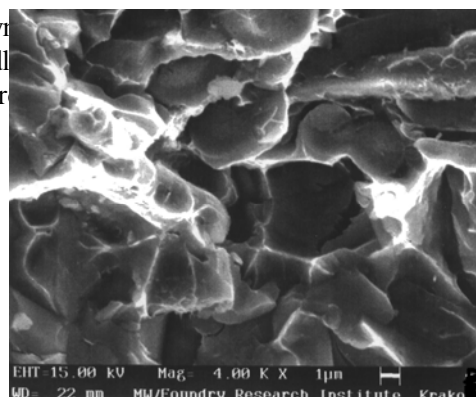
Korzystając z przedstawionego wzoru można obliczyć, że promień pustych objętości wynosi ok. 0,25 nm. Udział trzeciej składowej czasu życia pozytonów jest niewielki i wynosi 2%. Puste objętości mogą być związane z obszarem rozdziału stopu osnowy i włókien ceramicznych (rys. 6c, e). Należy zwrócić uwagę, że obecność takich defektów jest raczej niepożądana, gdyż może być źródłem np. mikropęknięć prowadzących do zniszczenia materiału (rys. 6d). Na uwagę zasługuje fakt, że takich defektów nie obserwowano w czystym stopie.

Po przeprowadzeniu konano pomiary czasu powierzchni odpowiad i dla części powierzchni

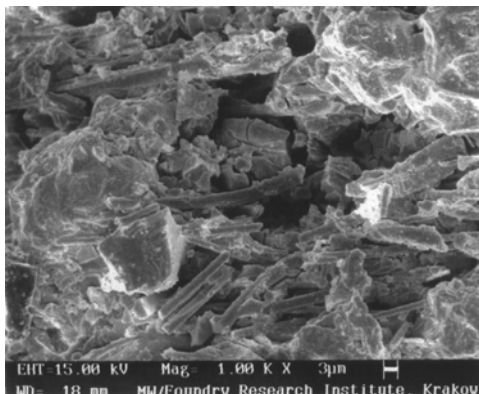
nane wyn czono dl (bez obr



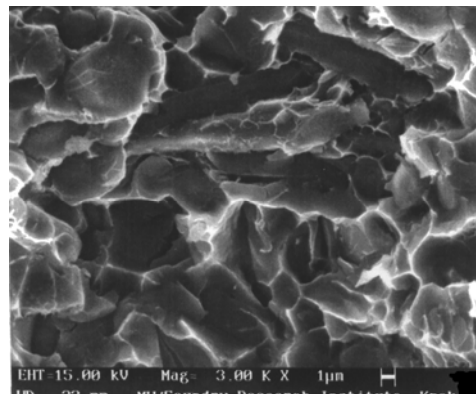
a



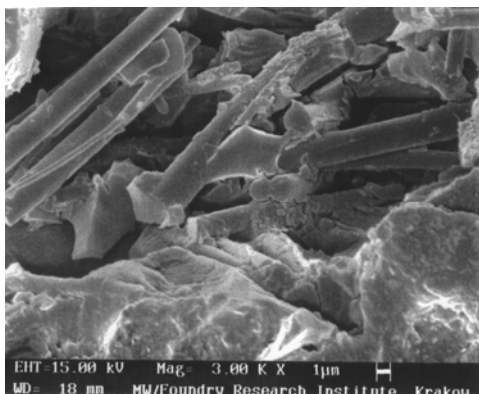
b



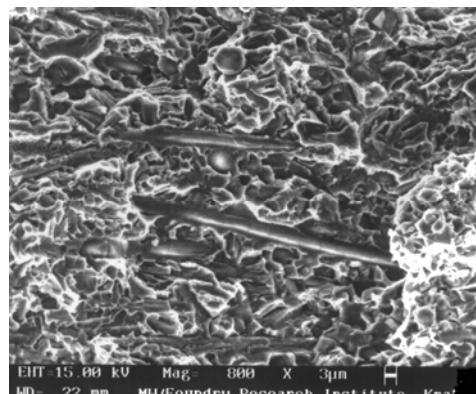
c



d



e



f

Rys. 6. Struktura kompozytu AK12/22% obj. Al₂O₃ wytworzonego metodą infiltracji ciśnieniowej. Pokazano wady strukturalne, związane z niepełnym nasyceniem preform metalem osnowy, prowadzącym do utworzenia porowatości w pobliżu włókien tlenku glinu (a, c, d) oraz pęknięcia włókien zbrojenia (b, d). Przelom nawet prawidłowo nasyconej preformy również wykazuje częściową utratę kompatybilności (połączenia) w układzie osnowa/zbrojenie (f), SEM

Fig. 6. Structure of AK12/22 vol.% Al₂O₃ composite made by squeeze infiltration technique (SEM). Structural defects due to incomplete infiltration of preform (a, c, d) and cracks of reinforcement (b, d) have been shown. Partially failure of compatibility (bonding) in the matrix/reinforcement system has been found even for properly infiltrated preform (f)

TABELA 3. Składowe czasu życia pozytonów i ich udziały przed i po obróbce cieplnej dla stopu AK12 i kompozytu AK12/22% obj. Al₂O₃

TABLE 3. Positrons lifetime components and its participation for AK12 alloy and for AK12/22 vol.% Al₂O₃ (composites after heat treatment)

Materiał	Parametry	τ_1	I_1	τ_2	I_2	τ_3	I_3	$\bar{\tau}^*$
		ps	%	ps	%	ps	%	
Stop AK12 (stan lany)		211 ± 1	100	–	–	–	–	211 ± 1
Stop AK12 (po obróbce cieplnej)		204 ± 1	100	–	–	–	–	204 ± 1
Kompozyt AK12/22% obj. Al ₂ O ₃ (stan lany)		212 ± 1	92,5 ± 0,2	583 ± 17	5,5 ± 0,2	1678 ± 109	2,0 ± 0,2	261 ± 7
Kompozyt AK12/22% obj. Al ₂ O ₃ (po obróbce cieplnej)		214 ± 1	94,4 ± 0,3	688 ± 13	3,8 ± 0,2	1496 ± 73	1,7 ± 0,2	255 ± 7

* Średni czas życia pozytonów obliczony jest ze wzoru $\bar{\tau} = \tau_1 I_1 + \tau_2 I_2 + \tau_3 I_3$

W przypadku stopu monolitycznego AK12, dla stanu lanego, stwierdzono podobnie jak poprzednio, występowanie jednej składowej czasu życia pozytonów, której wartość uległa znaczącemu zmniejszeniu w porównaniu z poprzednim pomiarem. Zmniejszenie średniego czasu życia pozytonów wskazuje na zmniejszenie koncentracji pułapek dla pozytonów. Związane jest to z „wygrzaniem” defektów typu wakancji i dyslokacji. Należy tutaj zaznaczyć, że tego typu defekty mogły być wprowadzone przez obróbkę skrawaniem powierzchni (np. poprzez szlifowanie). Zmiana średniego czasu życia może też odzwierciedlać zmiany związane z tworzeniem wydzielen w wyniku obróbki cieplnej badanego materiału.

W widmie czasu życia pozytonów dla kompozytu AK12/22% obj. Al_2O_3 wyróżniono trzy składowe. Wartość pierwszej składowej nie uległa zmianie w granicach błędu. Wartość trzeciej składowej uległa zmniejszeniu. Ponieważ jednak wartości trzeciej składowej zarówno dla kompozytu przed, jak i po obróbce cieplnej są obarczone dość dużym błędem, zmiana ta może nie być znacząca, podobnie jak dla natężenia tej składowej. Wskazuje to, że puste objętości, które są źródłem najdłuższego czasu życia, zmieniają się niewiele w wyniku przeprowadzonej obróbki cieplnej. Wartość drugiej składowej związanej ze skupiskami wakancji wzrosła, wskazując na zwiększenie ich objętości przy nieznanym zmniejszeniu natężenia tej składowej. Taki efekt obserwuje się także w innych metalach poddanych zdrowieniu i rekrytalizacji, gdzie w ostatniej fazie rekrytalizacji wakancje, mając wystarczającą mobilność, łączą się w coraz większe skupiska, a jednocześnie ich całkowita koncentracja maleje. Zmiana średniego czasu życia pozytonów nie jest znacząca, wskazuje to, iż zmiany w wyniku obróbki cieplnej w obszarze kompozytu są znacznie mniejsze niż w obszarze stopu monolitycznego.

PODSUMOWANIE

Z przedstawionych badań wynika, że kompozyt ze stopu AK12 zbrojonego lokalnie preformą ceramiczną z tlenku glinu zawiera defekty struktury krystalicznej typu skupiska wakancji i większe nanopory o promieniu ok. 0,25 nm. Takich defektów nie stwierdzono w samym stopie AK12 bez preformy. Skupiska te zwiększają swo-

ją objętość w wyniku obróbki cieplnej przy zmniejszeniu się ich koncentracji - wynikają one z niepełnego nasyce- nia preformy metalem. Istotnie obecność porów została potwierdzona obserwacjami mikroskopowymi (SEM). W tym kontekście metoda anihilacji pozytonów i metoda mikroskopii elektronowej dobrze się uzupełniają. Ta ostatnia nie była jednak w stanie pokazać obecności skupisk wakancji, których promień, rzędu dziesiątek nanometrów, daleki jest od jej możliwości detekcyjnej.

Metoda analizy wad strukturalnych kompozytów metalowych z zastosowaniem techniki anihilacji pozytonów niewątpliwie pozwala na określenie defektów strukturalnych niemożliwych do wychwycenia innymi tradycyjnymi metodami pomiarowymi. Szczególną uwagę należy zwrócić na ogromny potencjał możliwości szerszego zastosowania tej metody w odniesieniu do poziomu nanostruktury.

LITERATURA

- [1] Charlton M., Humberston J.W., Positron Physics, Cambridge University Press, Cambridge 2001.
- [2] Dryzek J., Wstęp do spektroskopii anihilacji pozytonów w ciele stałym, Wydawnictwo Uniwersytetu Jagiellońskiego, Kraków 1997.
- [3] Krause-Rehberg R., Leipner H.S., Positron Annihilation in Semiconductors, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York 1999.
- [4] Dryzek J., Dryzek E., Subsurface Zones in Aluminium Detected by Positron Lifetime Spectroscopy, Materials Science Forum 2004, 72, 445-446.
- [5] Schrader D.M., Jean Y.C., Positron and Positronium Chemistry, Elsevier, Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo 1988.
- [6] Sobczak J., Aluminum Alloys Matrix Composites, Journal of KONES 1994, 1, 1, 580-595.
- [7] Górny Z., Sobczak J., Sławiński Z., Foundry Aspects and Performance Characteristics of Locally Reinforced Composite Pistons, Proceedings of the 65th World Foundry Congress, October 20-24, 2002, Gyeongju, Korea, The Korean Foundrymen's Society, 387-400.
- [8] Rudnik D., Sobczak J., Tłoki kompozytowe do silników spalinowych, Instytut Transportu Samochodowego, Warszawa 2001.
- [9] Sobczak J., Kompozyty metalowe, Instytut Odlewnictwa - Instytut Transportu Samochodowego, Kraków-Warszawa 2001.

Recenzent
Wojciech Przetakiewicz